

Zusatzpatent zum Patent: —

Anmeldetag: 09. II. 1967 (WP 30 h / 122 583)

Priorität: —

Ausgabetag: 20. X. 1967

Kl.: 30 h, 13/05

IPK.: A 61 k

DK.:

Erfinder zugleich Inhaber:

Dipl.-Ing. Ilia Stokov, Berlin

Dr. Hans Geipel, Berlin

**Verfahren zur Herstellung eines Keratin-Partial-Hydrolysates
zur Verhinderung des Haarausfalles**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung kosmetischer Präparate auf der Basis eines Keratin-Partial-Hydrolysates, die den Haarausfall verhindern und Schuppenbildung auf der Kopfhaut beseitigen.

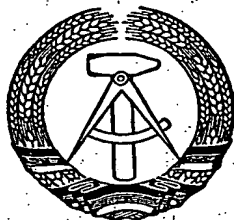
In der Literatur werden verschiedene Verfahren zur Herstellung kolloidaler Keratinlösungen, die entweder Haarfrisiermitteln zugesetzt oder als Haar-Tonikum verwendet werden, beschrieben. Die Herstellung dieser kolloidalen Keratinlösungen erfolgt durch Auflösen von Human-Haaren in Alkali, speziell Ammoniak, oder höheren Phenolen. In der Kosmetik sind auch Keratin-Abbauprodukte bekannt, die durch Hydrolyse in sauren Medien gewonnen und bei deren Herstellung z. B. Haare mit einer mehrfachen Gewichtsmenge hochprozentiger anorganischer Säuren behandelt werden. Dabei wird ein vollständiger oder zumindest weitgehender Abbau des Keratins bis zu den Aminosäuren bewirkt. Außerdem enthalten die so hergestellten Produkte färbende Bestandteile, die sich z. T. störend bemerkbar machen. Aus der Literatur ist zu entnehmen, daß der Einbau biologischer Wirkstoffe oder Nährstoffe in Haarkosmetika ohne Erfolg sei. Die klinischen Tests der mit den bekannten Zusätzen hergestellten kosmetischen Erzeugnisse führte zu der Erkenntnis, daß eine Überschätzung des Wirkungsgrades solcher Produkte nicht gerechtfertigt ist, da sowohl die in den Haarkosmetika eingebauten biologischen Wirkstoffe als auch die Haarnährsubstanzen nicht genügend von der Haut resorbiert werden.

Aufgabe der Erfindung ist es somit, ein Verfahren zu

entwickeln, das die Herstellung eines Präparates ermöglicht, das den widernatürlichen Haarausfall zum Stillstand bringt, d. h. ein Präparat, das frei von zur Verfärbung neigenden Bestandteilen ist und dessen Wirkstoffe gut resorbiert werden.

Erfindungsgemäß wurde überraschend gefunden, daß ein Keratin-Partial-Hydrolysat mit geringem Hydrolysegrad, das aus Human-Haaren durch Hydrolyse mittels Schwefelsäure und Bariumhydroxid als Neutralisationsmittel hergestellt wird, die Lösung des Problems der Keratin-Resorption ermöglicht, wenn man die Hydrolyse in der in den Beispielen näher beschriebenen Weise durchführt, wobei Menge, Konzentration und die Einwirkungszeit der Säuren sowie die nach der Hydrolyse in bestimmten Mengen zugesetzten Aminosäuren von ausschlaggebender Bedeutung für die angestrebte Wirkung sind. Selbstverständlich lassen sich auch die Produkte ohne Beeinträchtigung der Wirkung mit den allgemein üblichen Duft- und sonstigen Riechstoffen versetzen.

Während das naturgemäß in den Human-Haaren enthaltene Eisen bei Anwendung des erfindungsgemäßen Hydrolyseverfahrens in Form von Eisen-Ionen im Endprodukt verbleibt und damit eine nicht immer gewünschte unansehnliche Verfärbung hervorruft, wurde weiterhin gefunden, daß man für spezielle Anwendungsgebiete gewünschte eisenfreie und damit fast farblose Präparate dadurch herstellen kann, daß man die Human-Haare vor der schwefelsauren Hydrolyse bei Normal- bzw. Zimmertemperatur mit verdünnter Salz-



Zusatzpatent zum Patent: —

Anmeldetag: 09. II. 1967 (WP 30 h / 122 583)

Priorität: —

Ausgabetag: 20. X. 1967

Kl.: 30 h, 13/05

IPK.: A 61 k

DK.:

Zur PS Nr. **58 358**

ist eine Zweitschrift erschienen.

(Teilweise aufgehoben gem. § 6 Abs. 1 d. Änd. Ges. z. Pat. Ges.)

Verfahren zur Herstellung eines Keratin-Partial-Hydrolysates zur Verhinderung des Haarausfalles

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung kosmetischer Präparate auf der Basis eines Keratin-Partial-Hydrolysates, die den Haarausfall verhindern und Schuppenbildung auf der Kopfhaut beseitigen.

In der Literatur werden verschiedene Verfahren zur Herstellung kolloidaler Keratinlösungen, die entweder Haarfrismitteln zugesetzt oder als Haar-Tonikum verwendet werden, beschrieben. Die Herstellung dieser kolloidalen Keratinlösungen erfolgt durch Auflösen von Human-Haaren in Alkali, speziell Ammoniak, oder höheren Phenolen. In der Kosmetik sind auch Keratin-Abbauprodukte bekannt, die durch Hydrolyse in sauren Medien gewonnen und bei deren Herstellung z. B. Haare mit einer mehrfachen Gewichtsmenge hochprozentiger anorganischer Säuren behandelt werden. Dabei wird ein vollständiger oder zumindest weitgehender Abbau des Keratins bis zu den Aminosäuren bewirkt. Außerdem enthalten die so hergestellten Produkte färbende Bestandteile, die sich z. T. störend bemerkbar machen. Aus der Literatur ist zu entnehmen, daß der Einbau biologischer Wirkstoffe oder Nährstoffe in Haarkosmetika ohne Erfolg sei. Die klinischen Tests der mit den bekannten Zusätzen hergestellten kosmetischen Erzeugnisse führte zu der Erkenntnis, daß eine Überschätzung des Wirkungsgrades solcher Produkte nicht gerechtfertigt ist, da sowohl die in den Haarkosmetika eingebauten biologischen Wirkstoffe als auch die Haarnährsubstanzen nicht genügend von der Haut resorbiert werden.

Aufgabe der Erfindung ist es somit, ein Verfahren zu

entwickeln, das die Herstellung eines Präparates ermöglicht, das den widernatürlichen Haarausfall zum Stillstand bringt, d. h. ein Präparat, das frei von zur Verfärbung neigenden Bestandteilen ist und dessen Wirkstoffe gut resorbiert werden.

Erfindungsgemäß wurde überraschend gefunden, daß ein Keratin-Partial-Hydrolysat mit geringem Hydrolysegrad, das aus Human-Haaren durch Hydrolyse mittels Schwefelsäure und Bariumhydroxid als Neutralisationsmittel hergestellt wird, die Lösung des Problems der Keratin-Resorption ermöglicht, wenn man die Hydrolyse in der in den Beispielen näher beschriebenen Weise durchführt, wobei Menge, Konzentration und die Einwirkungszeit der Säuren sowie die nach der Hydrolyse in bestimmten Mengen zugesetzten Aminosäuren von ausschlaggebender Bedeutung für die angestrebte Wirkung sind. Selbstverständlich lassen sich auch die Produkte ohne Beeinträchtigung der Wirkung mit den allgemein üblichen Duft- und sonstigen Riechstoffen versetzen.

Während das naturgemäß in den Human-Haaren enthaltene Eisen bei Anwendung des erfindungsgemäßen Hydrolyseverfahrens in Form von Eisen-Ionen im Endprodukt verbleibt und damit eine nicht immer gewünschte unansehnliche Verfärbung hervorruft, wurde weiterhin gefunden, daß man für spezielle Anwendungsgebiete gewünschte eisenfreie und damit fast farblose Präparate dadurch herstellen kann, daß man die Human-Haare vor der schwefelsauren Hydrolyse bei Normal- bzw. Zimmertemperatur mit verdünnter Salz-

3 säure behandelt. Durch diese Vorbehandlung erfolgt keine sichtbare Veränderung der Haarstruktur. Eine weitere Variante des erfindungsgemäß vorgeschlagenen Verfahrens besteht in der Behandlung des nach der beschriebenen sauren Hydrolyse der Human-Haare und der anschließenden Neutralisation mittels Bariumhydroxids erhaltenen Filtrats mit einem schwach basischen Ionenaustauscher, wobei unerwünschte färbende Verunreinigungen entfernt werden können. Überraschenderweise zeigte die medizinische Prüfung der erfindungsgemäß hergestellten kosmetischen Präparate, daß nicht nur die Schuppenbildung bei den behandelten Personen unterbunden wurde, sondern auch der Haarausfall beim überwiegenden Teil der Versuchspersonen zum Stillstand kam.

Beispiel 1:

1 kg Human-Haare werden mit einem Gemisch von 270 ml konzentrierter Schwefelsäure und 4 l destillierten Wassers 8 Std. zum Sieden erhitzt. Dann verdünnt man mit 3 l destillierten Wassers und gibt unter ständigem Rühren Bariumhydroxid hinzu, bis ein pH-Wert von 6,0 erreicht ist. Das Reaktionsgemisch wird auf 90 °C erhitzt und das gelbliche Bariumsulfat abgesaugt. Das Filtrat wird mit so viel Alkohol oder Isopropylalkohol versetzt, bis das Gesamtvolumen an Alkohol bzw. Isopropylalkohol 20 Vol.-% beträgt. Nach Bestimmung des Gehalts dieser Lösung an Trockensubstanz (2 Std. bis 110 °C trocknen, wobei eine gelbliche, glasige Masse als Trockenrückstand verbleibt) wird mit 20 Vol.-%iger Alkohol- bzw. Isopropanol-Wasser-Mischung so weit verdünnt, bis eine Lösung von 0,5% Trockensubstanz vorliegt. Die Lösung wird je Liter mit 50 mg DL-Tryptophan, 100 mg DL-Methionin, 50 mg L-Tyrosin und 100 mg DL-Valin versetzt und so lange gerührt, bis sich alle Zusätze aufgelöst haben. Durch Zugabe von Riechstoffen, desinfizierenden Stoffen, Alkohol oder auch Vitaminen und Hormonen usw. in den entsprechenden Mengenverhältnissen erhält man in bekannter Weise kosmetische Präparate in allen für die Haarkosmetik gebräuchlichen Anwendungsformen.

Beispiel 2:

1 kg Human-Haare werden mit 7 l 10%iger Salzsäure versetzt. Nach 6stündigem Stehenlassen bei etwa 20 °C werden die Haare abfiltriert, durch Waschen mit destil-

liertem Wasser von der anhaftenden Salzsäure befreit, an der Luft getrocknet und dann in der im Beispiel 1 angegebenen Weise weiterverarbeitet. Das in dieser Weise hergestellte Hydrolysat enthält keine Eisen-Ionen.

Beispiel 3:

1 kg Human-Haare werden entsprechend der im Beispiel 1 beschriebenen Weise hydrolysiert, neutralisiert, zum Filtrat Alkohol bzw. Isopropylalkohol gegeben und diese erhaltene Lösung mit einem schwach basischen Ionenaustauscher (OH-Form) behandelt. Die Weiterverarbeitung erfolgt wie bereits im Beispiel 1 angegeben. Die erhaltenen kosmetischen Präparate sind praktisch frei von färbenden Verunreinigungen.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung eines Keratin-Partial-Hydrolysates mit geringem Hydrolysegrad zur Verhinderung des Haarausfalles sowie zur Beseitigung der Schuppenbildung auf der Kopfhaut, dadurch gekennzeichnet, daß Human-Haare mittels geringer Mengen schwach konzentrierter anorganischer Säuren, insbesondere Schwefelsäure, hydrolysiert werden.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Haarhydrolysat mit Bariumhydroxid bis zu einem pH-Wert von 6,0 neutralisiert wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das in den Human-Haaren enthaltene Eisen durch eine Behandlung mit Salzsäure ohne sichtbare Strukturzerstörung der Haare entfernt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß färbende Bestandteile aus dem hergestellten Keratin-Partial-Hydrolysat ohne Reduzierung des Wirkstoffgehaltes mittels schwach basischer Ionenaustauscher entfernt werden.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem Keratin-Partial-Hydrolysat bestimmte Aminosäuren, vorzugsweise DL-Tryptophan, DL-Methionin, L-Tyrosin und DL-Valin, zugesetzt werden.

